

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-151902

(43)Date of publication of application : 05.06.2001

(51)Int.Cl. C08J 5/18
G02B 5/30
// C08L 1:08

(21)Application number : 11-337387

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 29.11.1999

(72)Inventor : MURAKAMI TAKASHI
TAKIYAMA NOBUYUKI
SHIMIZU KUNIO
SHIBUE TOSHIKI

(54) OPTICAL FILM AND ITS PREPARATION METHOD**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an optical film which does not curl heavily and contains a plasticizer at a high film production rate and its preparation method.

SOLUTION: In a preparation method of an optical film in which at least two dopes are cast onto a substrate concurrently or successively, stripped and dried, the dope plasticizer concentration at the substrate side (side B) is lower than the dope plasticizer concentration of the air side (side A) (wherein the plasticizer concentration is the amount of the plasticizer based on the solid content).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.06.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-151902

(P2001-151902A)

(43) 公開日 平成13年6月5日 (2001.6.5)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 8 J 5/18	C E P	C 0 8 J 5/18	C E P 2 H 0 4 9
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	4 F 0 7 1
// C 0 8 L 1:08		C 0 8 L 1:08	

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平11-337387

(22) 出願日 平成11年11月29日 (1999.11.29)

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 村上 隆

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社内

(72) 発明者 滝山 信行

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社内

(72) 発明者 清水 邦夫

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学フィルム及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高速製膜下でカールが少ない可塑剤を含む光学フィルム及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも2種以上のドーブを支持体上に同時又は逐次流延した後、剥離後乾燥させて作製する光学フィルムの製造方法において、支持体側 (B面) ドーブ可塑剤濃度が空気側 (A面) ドーブ可塑剤濃度より低いことを特徴とする光学フィルムの製造方法。(可塑剤濃度とは固形分あたりの可塑剤量をいう。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも2種以上のドーブを支持体上に同時又は逐次流延した後、剥離後乾燥させて作製する光学フィルムの製造方法において、支持体側（B面）ドーブ可塑剤濃度が空気側（A面）ドーブ可塑剤濃度より低いことを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【請求項2】 少なくとも3種以上のドーブを使用し、該ドーブを支持体上に同時及び／又は逐次流延した後、剥離後乾燥させて作製する光学フィルムの製造方法において、各ドーブ可塑剤濃度が下記式に従うことを特徴とする光学フィルムの製造方法。

B面用ドーブ可塑剤濃度<A面用ドーブ可塑剤濃度≤
A、B両面に挟まれる層の少なくとも1つの層用ドーブ可塑剤濃度。

【請求項3】 B面用ドーブ可塑剤濃度とA面用ドーブ可塑剤濃度との差が0.5～20質量%であることを特徴とする請求項1又は2記載の光学フィルムの製造方法。

【請求項4】 B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より低いことを特徴とする光学フィルム。

【請求項5】 A、B両面に挟まれる層の平均可塑剤濃度がB面表層の平均可塑剤濃度より高いことを特徴とする請求項4記載の光学フィルム。

【請求項6】 B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より0.5～20質量%低いことを特徴とする請求項4又は5記載の光学フィルム。

【請求項7】 フィルム内部に凝固点が25℃未満の可塑剤を含有する領域を有し、表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有することを特徴とする請求項4～6のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項8】 可塑剤及び紫外線吸収剤を含有するフィルムにおいて、フィルム内部の平均紫外線吸収剤濃度が表層の平均紫外線吸収剤濃度よりも多いことを特徴とする請求項4～7のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項9】 フィルム内部に凝固点が25℃未満の可塑剤と凝固点が20℃以下の紫外線吸収剤を含有する領域を有し、少なくとも表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有することを特徴とする光学フィルム。

【請求項10】 少なくとも表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有し、一方の面の表層の平均可塑剤濃度が他方の面の表層の平均可塑剤濃度より低く、内部に凝固点が25℃未満の可塑剤と凝固点が20℃以下の紫外線吸収剤を含有する領域を有することを特徴とする光学フィルム。

【請求項11】 B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より低いことを特徴とする請求項10記載の光学フィルム。

【請求項12】 光学フィルムが少なくともセルロースエステルフィルムであることを特徴とする請求項4～1

1のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項13】 光学フィルムが少なくともセルロースエステルフィルムであることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の光学フィルムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光学フィルム及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、パーソナルコンピューター、ワードプロセッサ、時計や電卓等に使用される液晶ディスプレイ、プラズマディスプレイ、有機ELは過酷な環境下で使用されることが多くなってきている。従って、これに使用する液晶ディスプレイの偏光板保護フィルム、位相差フィルム、プラズマディスプレイパネル用前面フィルター、有機ELパネル用前面フィルム等の光学フィルムについても、当然過酷な環境下でも特性が変化しないよう、例えば、高温高湿下で劣化のないことや寸法安定性に優れていることなどの耐久性が要求される。

【0003】上記液晶ディスプレイに使用される偏光板は、偏光膜とその片面又は両面に保護膜が接着された構成を有し、保護膜としては、良好な光透過性及び小さい複屈折を有するセルローストリアセート（TAC）が一般に使用される。この保護膜の特性が上記偏光板の耐久性を支配していることから、保護膜は、上述の高温高湿下で劣化のないことや寸法安定性に優れていることなどの良好な耐湿熱性が当然要求される。

【0004】従来のセルローストリアセートの保護膜は、膜に適度な柔軟性を付与するため、保護膜中にリン酸エステル等の可塑剤を含有している。しかしながら、このような偏光板を高温高湿下で使用した場合、保護膜にクラックが入ったり、保護膜が偏光膜から剥離したり、あるいは保護膜が着色する等の問題が発生する。

【0005】上記問題を解決するため、リン酸エステル等の可塑剤を減量した保護膜を用いた偏光板が提案されている（特開昭61-243407号公報）。さらに、可塑剤を含まない保護膜を用いた偏光板も提案されている（特開平1-214802号公報）。しかしながら、これらの保護膜は、高温高湿下での耐久性（耐湿熱性）については向上したものであるが、柔軟性が低下するため保護膜自体が脆くなり、保護膜の製膜工程、スリット加工、偏光膜と保護膜との接着工程あるいは偏光板の加工工程（打ち抜き工程等）において種々の問題が発生する。即ち、保護膜であるセルローストリアセートの製膜工程でのクラックの発生、偏光膜と保護膜との接着不良、そして特にスリット加工や打ち抜きの工程で切り屑の発生が多く、切り屑が製品に付着して透明性等に欠陥を有する製品を多数製造することになる。更に、このように切断された切断面は、細かいクラックによりノコギリ状になっているため、スリットされたフィルムは搬送

(巻き取り)中に引き裂かれる場合がある。

【0006】また、可塑剤を含む光学フィルムを流延法によって製造する際に、製膜速度を上げると光学フィルムが支持体側を内巻きにカールするという問題があった。この問題を解決するため、ドープを流延後幅方向に張力を加えるテンター技術がある。しかし、テンターにより作製したフィルムは高温高湿下でカールが発生するといった問題があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、高速製膜下でカールが少ない可塑剤を含む光学フィルム及びその製造方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の上記目的は、下記手段により達成される。

【0009】1. 少なくとも2種以上のドープを支持体上に同時又は逐次流延した後、剥離後乾燥させて作製する光学フィルムの製造方法において、支持体側(B面)ドープ可塑剤濃度が空気側(A面)ドープ可塑剤濃度より低いことを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【0010】2. 少なくとも3種以上のドープを使用し、該ドープを支持体上に同時及び/又は逐次流延した後、剥離後乾燥させて作製する光学フィルムの製造方法において、各ドープ可塑剤濃度が下記式に従うことを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【0011】B面用ドープ可塑剤濃度<A面用ドープ可塑剤濃度 \leq A、B両面に挟まれる層の少なくとも1つの層用ドープ可塑剤濃度。

【0012】3. B面用ドープ可塑剤濃度とA面用ドープ可塑剤濃度との差が0.5~20質量%であることを特徴とする上記1又は2記載の光学フィルムの製造方法。

【0013】4. B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より低いことを特徴とする光学フィルム。

【0014】5. A、B両面に挟まれる層の平均可塑剤濃度がB面表層の平均可塑剤濃度より高いことを特徴とする上記4記載の光学フィルム。

【0015】6. B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より0.5~20質量%低いことを特徴とする上記4又は5記載の光学フィルム。

【0016】7. フィルム内部に凝固点が25℃未満の可塑剤を含有する領域を有し、表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有することを特徴とする上記4~6のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0017】8. 可塑剤及び紫外線吸収剤を含有するフィルムにおいて、フィルム内部の平均紫外線吸収剤濃度が表層の平均紫外線吸収剤濃度よりも多いことを特徴とする上記4~7のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0018】9. フィルム内部に凝固点が25℃未満の

可塑剤と凝固点が20℃以下の紫外線吸収剤を含有する領域を有し、少なくとも表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有することを特徴とする光学フィルム。

【0019】10. 少なくとも表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有し、一方の面の表層の平均可塑剤濃度が他方の面の表層の平均可塑剤濃度より低く、内部に凝固点が25℃未満の可塑剤と凝固点が20℃以下の紫外線吸収剤を含有する領域を有することを特徴とする光学フィルム。

【0020】11. B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より低いことを特徴とする上記10記載の光学フィルム。

【0021】12. 光学フィルムが少なくともセルロースエステルフィルムであることを特徴とする上記4~11のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0022】13. 光学フィルムが少なくともセルロースエステルフィルムであることを特徴とする上記1~3のいずれか1項に記載の光学フィルムの製造方法。

【0023】以下、本発明について詳細に説明する。可塑剤を含む光学フィルムを流延法によって製造する際に、製膜速度を上げると光学フィルムが支持体側を内巻きにカールするという問題があった。この問題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、支持体側(B面側)に用いられるドープの可塑剤濃度が支持体とは反対側である空気側(A面側)のドープの可塑剤濃度より少ないドープを用いて流延製膜することによって、カールを著しく小さくできることが判明した。ここで可塑剤濃度とは固形分あたりの可塑剤量をいう。カールの原因は完全に解明されていないが、製膜過程でフィルムのA面とB面に何らかの違いが生じ、B面がより収縮することによって、あるいはA面側の収縮が少ないことによって起こっていると推測される。A面用ドープの可塑剤濃度を高くすることは、製膜によって生じたこれらの変化を打ち消すことにより結果的にカールを防止できるものと推測される。

【0024】2種のドープを使用する場合、A面用とB面用に分けて使用し、B面ドープ可塑剤濃度をA面ドープ可塑剤濃度よりも低くすることによってカールを打ち消すように作用させることができる。可塑剤濃度はA面では3~20質量%であり、B面は0~15質量%が好ましく、この範囲においてB面可塑剤濃度<A面可塑剤濃度となるようにすることができる。更に好ましくはA面可塑剤濃度は5~15質量%であり、B面は1~10質量%が好ましい。

【0025】B面のドープに可塑剤を添加しない場合であっても、支持体上に流延された際に、B面のドープに隣接して流延されたドープから可塑剤が拡散、移動するため、B面表層の平均可塑剤濃度は増加する傾向がある。その結果、実際の光学フィルムの表層に含まれる平均可塑剤濃度の差はドープに添加した可塑剤濃度の差よ

り縮まる傾向がある。光学フィルムの両表層の平均可塑剤濃度の差は0.1～20質量%であることが好ましく、さらに好ましくは0.5～15質量%であることが好ましく、さらに好ましくは2～10質量%であることが好ましい。ここで表層とはフィルムの表面から深さ10mmまでの領域をいう。

【0026】流延時の膜厚は任意に設定可能であるが、A面のドープ（A面表層を形成）とB面ドープ（B面表層を形成）の乾燥後の膜厚比は1対100～100対1の範囲であることが好ましい。更に好ましくは1対20～20対1であり、1対1とすることもできる。一方のドープを薄く流延する場合は薄い方のウェット膜厚（hw）を0.5～150μm、乾燥膜厚で0.1～30μmとなるように流延することが好ましく、更に好ましくはウェット膜厚（hw）2.5～125μm、乾燥膜厚で0.5～25μm、更に好ましくはウェット膜厚（hw）25～100μm、乾燥膜厚で5～20μmとなるように流延することが好ましい。

【0027】3種のドープを使用する場合は、A面のドープ（主にA面表層を形成）とB面ドープ（主にB面表層を形成）、それに挟まれるフィルム内部を形成するためのドープの乾燥後の膜厚比も任意に設定することができる。ここでフィルム内部とはフィルムの表層以外の部分をいう。内部層とA面表層もしくはB面表層の乾燥後の膜厚比は1対100～100対1の範囲であることが好ましく、更に好ましくは1対20～20対1であり、1対1とすることもできる。フィルム内部と表層との膜厚比は1000対1～1対10であることが好ましく、100対1～1対1がより好ましく、更に好ましくは10対1～2対1が好ましい。

【0028】又、表層の乾燥膜厚も任意に設定できるが、0.5～30μmであることが好ましく、5～20μmであることが更に好ましい。又、A面表層とB面表層の膜厚は同じであっても違っていても良い。例えばA面表層を10μmとし、B面表層を20μmとすることも可能である。

【0029】4種以上のドープを使用して機能別に分離された積層構造のフィルムを製造することもできる。

【0030】本発明において用いられる2種以上のドープを同時に支持体上に流延してもよいし、別々に支持体上に流延してもよい。別々に流延する場合は、支持体側のドープを先に流延して支持体上である程度乾燥させた後に、その上に重ねて流延することができる。又、3種以上のドープを使用する場合、同時流延（共流延ともいう）と逐次流延を適宜組み合わせ流延し、積層構造のフィルムを作製することもできる。同時流延もしくは逐次流延によって製膜されるこれらの方法は、乾燥されたフィルム上に塗布する方法とは異なり、積層構造の各層の境界が不明確になり、断面の観察で積層構造が明確には分かれないうことがあり、各層間の密

着性を向上させる効果がある。

【0031】この方法で製造できるフィルムの乾燥膜厚としては特に制限はないが40～250μmのフィルムの製造で好ましく用いることができる。特に好ましくは40～80μmであり、更に好ましくは40～75μmで好ましく用いることができる。

【0032】このようにして、可塑剤を有する光学フィルムにおいて、B面表層の平均可塑剤濃度がA面表層の平均可塑剤濃度より少ない光学フィルムを得ることができ、このように作製した光学フィルムはカールが少ないという特徴を有する。

【0033】本発明の光学フィルムを製造する際の製膜速度は10～150m/minが好ましい。特に、25m/min以上の高速製膜の際に著しい効果が認められ、更に好ましくは30m/min以上で製膜することが望ましい。

【0034】又、ドープを流延した後、支持体から剥離する際のフィルムに含まれる平均残留溶媒量は25～55%以下であることが効果的であり、さらに好ましくは50%以下、さらに好ましくは45%以下であることが好ましい。

【0035】又、本発明の光学フィルムでは、内部の可塑剤量を多くすることによって、より優れたフィルムの透湿性を確保することができる。さらに、本発明の別の実施態様では、可塑剤を有する光学フィルムにおいて、少なくともフィルム内部に凝固点が25℃未満の可塑剤を含有する領域を有し、表層に凝固点が25℃以上の可塑剤を含有することによって、剥離性に優れかつ透湿性が少なく、製造工程での汚染も少ない光学フィルムを得ることができる。

【0036】本発明に用いることのできる可塑剤としては特に限定はないが、リン酸エステル系では、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、ジフェニルビフェニルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリブチルホスフェート等、フタル酸エステル系では、ジエチルフタレート、ジメトキシエチルフタレート、ジメチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ジ-2-エチルヘキシルフタレート等、グリコール酸エステル系では、トリアセチン、トリブチリン、ブチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、メチルフタリルエチルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレート等を単独あるいは併用するのが好ましい。リン酸エステル系の可塑剤の可塑剤と凝固点25℃未満の可塑剤を併用することが寸法安定性、耐水性に優れるため特に好ましい。凝固点25℃未満の可塑剤としては、凝固点が25℃未満であれば特に限定されず、上記可塑剤の中から選ぶことができる。例えば、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、トリブチルホ

スフェート、ジエチルフタレート、ジメチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ジ-2-エチルヘキシルフタレート、トリアセチン、エチルフタリルエチルグリコレート等をあげることができる。これらの可塑剤を単独あるいは併用するのが好ましい。

【0037】又、積層構造のフィルムでは特に内部に紫外線吸収剤を含有させることが好ましく、工程汚染などを防止するのに有効である。この場合、表層に含まれる紫外線吸収剤を内部に含ませる紫外線吸収剤よりも少なくすることが好ましく、表層には紫外線吸収剤を含ませないこともできる。具体的には表層に含ませる紫外線吸収剤と内部に含ませる紫外線吸収剤の比は0対10~9対10であることが好ましく、更に好ましくは1対10~7対10であり、更に好ましくは1対10~5対10であり、更に好ましくは1対10~3対10である。フィルムの紫外線吸収率は380nmで透過率10%以下であることが望まれる。より好ましくは透過率6%未満、更に好ましくは透過率0~4%未満であることが望ましい。しかしながら本発明の光学フィルムでは、単一の層からなるフィルムと比較して、内部に含ませる紫外線吸収剤の添加量が多くすることができる。一般的に紫外線吸収剤は溶解性に乏しいものが多いが、25℃で液体である可塑剤が存在すると溶解し易くなることが見出された。そのため、内部に25℃で液体である可塑剤を含有する場合、紫外線吸収剤を十分に添加し、余裕をもって溶解させることが可能となり、十分な紫外線吸収率も有するフィルムを提供することが可能となる。更に、20℃で液体である紫外線吸収剤と25℃で液体である可塑剤を内部に含ませることによって、より高い濃度の紫外線吸収剤と可塑剤を含有させることができ、フィルムに優れた透湿性と紫外線吸収率を付与することが可能となり、しかも、これらの添加物の析出による工程汚染も少なくなるという効果も得られた。ここで紫外線吸収剤の濃度は固形分あたりの紫外線吸収剤量をいう。

【0038】本発明に用いられる紫外線吸収剤としては、波長370nm以下の紫外線の吸収率に優れ、かつ良好な液晶表示性の観点から、波長400nm以上の可視光の吸収が少ないものが好ましく用いられる。

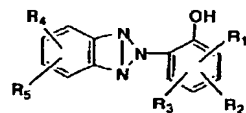
【0039】本発明に好ましく用いられる紫外線吸収剤の具体例としては、例えばオキシベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、サリチル酸エステル系化合物、ベンゾフェノン系化合物、シアノアクリレート系化合物、ニッケル錯塩系化合物などが挙げられる。

【0040】ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤としては下記一般式〔1〕で示される化合物が好ましく用いられる。

【0041】

〔化1〕

一般式〔1〕



【0042】式中、R1、R2、R3、R4及びR5は同一でも異なってもよく、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、ヒドロキシル基、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基、アリールオキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、モノ若しくはジアルキルアミノ基、アシルアミノ基または5~6員の複素環基を表し、R4とR5は閉環して5~6員の炭素環を形成してもよい。

【0043】以下に本発明に係る紫外線吸収剤の具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

UV-1：2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール

UV-2：2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール

UV-3：2-(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール

UV-4：2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール

UV-5：2-(2'-ヒドロキシ-3'-(3'', 4'', 5'', 6''-テトラヒドロフタルイミドメチル)-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール

UV-6：2, 2-メチレンビス(4-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)-6-(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール)

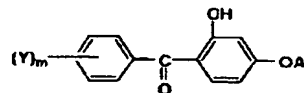
UV-7：2-(2'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール

また本発明に係る紫外線吸収剤のひとつであるベンゾフェノン系紫外線吸収剤としては下記一般式〔2〕で表される化合物が好ましく用いられる。

【0044】

〔化2〕

一般式〔2〕



【0045】式中、Yは水素原子、ハロゲン原子またはアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、及びフェニル基を表し、これらのアルキル基、アルケニル基及びフェニル基は置換基を有していてもよい。Aは水素原子、アルキル基、アルケニル基、フェニル基、シクロアルキ

ル基、アルキルカルボニル基、アルキルスルホニル基又は $-CO(NH)_{n-1}-D$ 基を表し、D はアルキル基、アルケニル基又は置換基を有していてもよいフェニル基を表す。m 及び n は 1 または 2 を表す。

【0046】上記において、アルキル基としては例えば、炭素数 2 4 までの直鎖または分岐の脂肪族基を表し、アルコキシ基としては例えば、炭素数 1 8 までのアルコキシ基で、アルケニル基としては例えば、炭素数 1 6 までのアルケニル基で例えばアリル基、2-ブテニル基などを表す。又、アルキル基、アルケニル基、フェニル基への置換分としてはハロゲン原子、例えばクロール、ブロム、フッ素原子など、ヒドロキシ基、フェニル基、（このフェニル基にはアルキル基又はハロゲン原子などを置換していてもよい）などが挙げられる。

【0047】以下に一般式〔2〕で表されるベンゾフェノン系化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されない。

UV-8 : 2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン

UV-9 : 2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン

UV-10 : 2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スルホベンゾフェノン

UV-11 : ビス(2-メトキシ-4-ヒドロキシ-5-ベンゾイルフェニルメタン)

本発明では少なくとも一方の表層にはマツト剤が添加されていることが好ましく、滑り性確保のためには両方に添加されていることがより好ましい。動摩擦係数としてはフィルム表面と裏面間の動摩擦係数で、JIS-K-7125(1987)に準じて測定した場合に、2 以下であることが好ましく、1.5 以下であることがさらに好ましく、1.0 以下であることがさらに好ましく、0.5 以下であることがさらに好ましく、0.2 以下であることがさらに好ましい。マツト剤添加量を増やすことによって動摩擦係数は低くすることができるが、フィルムのヘイズ値が増加する傾向があるため、添加量は両者のバランスで決定される。フィルム内部用ドーブにはマツト剤が添加されていてもかまわないが、ヘイズを減らすためには添加量は少ないか、含まないことが望まれる。

【0048】フィルムが滑りにくいとフィルム同士がブロッッキングし、取扱性に劣る場合がある。本発明に係るフィルムには、二酸化ケイ素、二酸化チタン、焼成ケイ酸カルシウム、水和ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、リン酸カルシウム等の無機微粒子や架橋高分子等のマツト剤を含有させることが好ましい。

【0049】また、フィルムのヘイズを低下するため、二酸化ケイ素のような微粒子は有機物によって表面処理されていることが好ましい。表面処理で好ましい有機物としては、ハロシラン類、アルコキシシラン類、シラザ

ン、シロキサン等があげられる。微粒子の平均径が大きい方がマツト効果は大きく、透明性は平均径の小さい方が優れるため、微粒子の一次粒子の平均径は $0.1 \mu m$ 以下、好ましくは $5 \sim 50 nm$ 、より好ましくは $7 \sim 14 nm$ である。二酸化ケイ素の微粒子としては日本アエロジル(株)製の AEROSIL 200、200V、300、R972、R974、R202、R812、OX50、TT600 などが挙げられ、好ましくは AEROSIL R972、R974、R974V、R202、R812 などが挙げられる。このマツト剤の配合はフィルムのヘイズが 0.6 % 以下、動摩擦係数が 0.5 以下となるように配合することが好ましい。この目的で用いるマツト剤の量は、セルロースエステルに対し 0.005 ~ 0.3 % が好ましい。

【0050】本発明の各ドーブには必要に応じて他の添加物を添加することが可能である。例えば、赤外線吸収染料をフィルム内部用ドーブに添加することもできる。必要に応じて、表層もしくは内部に帯電防止剤を添加することもできる。

【0051】本発明の光学フィルムを形成する樹脂は特に制限はないが、好ましくはセルロースエステルフィルムであり、セルロースエステルが低級脂肪酸エステルであることが好ましい。セルロースエステルの低級脂肪酸エステルにおける低級脂肪酸とは、炭素原子数が 6 以下の脂肪酸を意味し、例えば、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート等がセルロースの低級脂肪酸エステルの好ましい例として挙げられる。また、上記以外にも、特開平 10-45804 号、同 08-231761 号、米国特許第 2,319,052 号等に記載のセルロースアセテートプロピオネート、セルロースアセテートブチレート等の混合脂肪酸エステルを用いることができる。上記記載の中でも、特に好ましく用いられるセルロースの低級脂肪酸エステルはセルローストリアセテート、セルロースアセテートプロピオネートである。更に、ベース強度の観点から、特に重合度 250 ~ 400、結合酢酸量が 54 ~ 62.5 % が好ましく用いられ、更に好ましいのは、結合酢酸量が 58 ~ 62.5 % のセルローストリアセテートである。本発明に係るセルローストリアセテートは、綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートと木材パルプから合成されたセルローストリアセテートのどちらかを単独あるいは混合して用いることができる。ベルトやドラムからの剥離性がもし問題になれば、ベルトやドラムからの剥離性が良い綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートを多く使用すれば生産性が高く好ましい。木材パルプから合成されたセルローストリアセテートを混合し用いた場合、綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートの比率が 40 % 以上で、剥離性の効果が顕著になるため好ましく、60 % 以上がさらに好ましく、単独で使用するが最も好ましい。

【0052】本発明の光学フィルムの製造では、ドープを流延した後、ベルトやドラムから剥離して乾燥させる前にテンターをかけることによってより高い平面性を維持させることが好ましく、本発明の効果と相乗してさらにカールが少なくなる。

【0053】又、本発明の光学フィルムには塗布によって帯電防止層、紫外線硬化樹脂、熱硬化樹脂層、反射防止層、クリアハードコート層、易接着層、防眩層を塗設することができる。このような様々な塗布層を塗設する場合に、ブラッシングを起こす場合があったが、本発明*10

実施例1

《光学フィルム試料の作製》

下記方法により光学フィルム試料を作製した。

(酸化ケイ素分散液Aの調製)

アエロジル200V (日本アエロジル(株)製) 1kg

(一次粒子の平均径12nm)

エタノール 9kg

以上をディゾルバで30分間攪拌混合した後、マントン
ゴーリンで分散を行った。分散後の液濁度は93ppm※

(添加液Bの調製)

トリアセチルセルロース(平均酢化度61%) 6kg

メチレンクロライド 140kg

以上を密閉容器に投入し、加熱、攪拌しながら、完全に
溶解し、濾過した。これに酸化ケイ素分散液A10kg★

(ドープ原液Cの調製)

トリアセチルセルロース(平均酢化度61%) 100kg

メチレンクロライド 475kg

エタノール 50kg

以上を密閉容器に投入し、加熱、攪拌しながら、完全に
溶解し、濾過し、ドープ原液Cを調製した。

(ドープ液Dの調製) ドープ原液Cに表1に示した割合で可塑剤、UV剤等を密閉容器に投入し、加熱し、攪拌しながら、完全に溶解し、濾過し、各ドープ液D-2, 5, 8, 11, 13, 15, 16, 19, 20調製をした。ドープ液D-1, 3, 4, 6, 7, 9, 10, 12, 14, 17, 18, 21~27については更に添加液Bを2kg添加し、インラインミキサー(東レ(株)製静止型管内混合機Hi-Mixer, S.W.J.)で十分混合し、濾過した。

(塗布乾燥) 次いで、ベルト流延装置を用い、各ドープ液D-1~27のうちの2種又は3種のドープを用いて3つのスリットを有するダイ内で合流させ3層構成にする同時多層流延方法で共流延液を温度33℃、1500mm幅でステンレス製の流延ベルト上にベルト側から第1層、第2層、第3層の順になるように均一に流延した。ステンレス製の流延ベルト上で、残留溶媒量が25

*ではA面とB面の可塑剤濃度、可塑剤組成、あるいはさらに他の添加剤の添加量、組成を変化させて、表と裏の面で積極的に塗布性を変えることができる。これによって塗布組成物ごとに1種のフィルムで適切な塗布面を選択することができるため、塗布組成物に対して広い適性を持たせることもできる。

【0054】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されない。

※であった。液濁度は、T-2600DA(東京電色工業(株)社製)を使用して測定した。

★を攪拌しながら加えて、さらに30分間攪拌した後、濾過し、添加液Bを調製した。

30 %になるまで溶媒を蒸発させ、剥離張力130N/mで流延ベルト上から剥離した。製膜速度30m/minにて剥離したセルローストリアセテートフィルムを1300mm幅にスリットし、その後、乾燥ゾーンをロールで搬送させながら乾燥させ、1100mm幅にスリットし、表1に記載のドープ及び、表2記載の流延膜厚で、表2記載の本発明試料1~6及び10(本発明試料5はドライ膜厚50μm、その他は80μm)及び比較試料1及び2を得た。

【0055】2つのスリットを有するダイ内で合流させ2層構成にする同時多層流延方法を用いた以外は同様の方法で、表1に記載のドープ及び、表2記載の流延膜厚で、表2記載の本発明試料7~9(ドライ膜厚80μm)、比較試料3(ドライ膜厚80μm)を得た。

【0056】1つのスリットを有するダイを用いて単層構成で流延した以外は同様の方法で、表1に記載のドープ及び、表2記載の流延膜厚で、表2記載の比較試料4(ドライ膜厚80μm)を得た。

可塑剤1 トリフェニルホスフェート

可塑剤2 エチルフタリルエチルグリコレート

UV剤1 チヌビン326(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株))

UV剤2 チヌビン109(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株))

13

UV剤3 チヌビン171 (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株))

UV剤4 チヌビン238 (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株))

14

【0057】

【表1】

ドープ液	添加剤とその添加量(kg)							ドープ原液C
	可塑剤1	可塑剤2	UV剤1	UV剤2	UV剤3	UV剤4	分散液1	
D-1	8	4	0.3	0.5	0.5	—	2	625
D-2	8	4	0.3	0.5	0.5	—	—	625
D-3	4	4	0.3	0.5	0.5	—	2	625
D-4	16	—	0.2	0.3	0.3	—	2	625
D-5	8	4	0.3	0.6	0.6	—	—	625
D-6	—	—	0.2	0.3	0.3	—	2	625
D-7	4	—	0.2	0.3	0.3	—	2	625
D-8	8	—	0.2	0.3	0.3	—	—	625
D-9	2	—	0.2	0.3	0.3	—	2	625
D-10	8	—	0.2	0.3	0.3	—	2	625
D-11	10	6	0.3	0.5	0.5	—	—	625
D-12	12	—	—	—	—	—	2	625
D-13	9	—	0.2	0.3	0.3	—	—	625
D-14	—	—	—	—	—	—	2	625
D-15	—	8	0.3	0.6	0.6	—	—	625
D-16	4	—	0.2	0.3	0.3	—	—	625
D-17	12	2	0.2	0.3	0.3	—	2	625
D-18	2	—	0.5	—	—	0.5	2	625
D-19	8	—	0.5	—	—	0.5	—	625
D-20	8	—	0.5	—	—	0.5	—	625
D-21	6	—	0.5	—	—	0.5	2	625
D-22	4	2	0.5	—	—	0.5	2	625
D-23	8	2	0.5	—	—	0.5	2	625
D-24	8	2	0.5	—	—	0.5	2	625
D-25	10	2	—	0.2	0.2	—	2	625
D-26	5	5	0.4	0.6	0.6	—	—	625
D-27	4	2	—	0.2	0.2	—	2	625

【0058】

【表2】

試料 No.	支持体側から 1 層目		支持体側から 2 層目		支持体側から 3 層目	
	ドープ	ウェット膜厚 μm	ドープ	ウェット膜厚 μm	ドープ	ウェット膜厚 μm
本発明試料-1	D-3	60	D-2	340	D-1	60
本発明試料-2	D-6	30	D-5	395	D-4	30
本発明試料-3	D-9	60	D-8	350	D-7	60
本発明試料-4	D-7	60	D-11	330	D-10	60
本発明試料-5	D-7	35	D-11	210	D-10	35
本発明試料-6	D-14	60	D-13	350	D-12	60
本発明試料-7	D-16	50	D-15	350	D-10	60
本発明試料-8	D-1	340	D-17	110	—	—
本発明試料-9	D-9	110	D-5	340	—	—
本発明試料-10	D-27	60	D-26	340	D-25	60
比較試料-1	D-18	60	D-19	350	D-18	60
比較試料-2	D-21	60	D-20	340	D-18	60
比較試料-3	D-23	230	D-22	240	—	—
比較試料-4	D-24	460	—	—	—	—

【0059】《評価》得られた本発明試料1～10及び比較試料1～4について、カール値、ロール汚れ、透湿性、ヘイズ（濁度）、UV吸収性能及び剥離性を下記方法により測定した。その結果を表3に示す。

（カール値）試料を23℃、55％RH環境下で48時間放置後、該試料を長手方向（製膜方向）2mm、幅手方向50mmに切断する。さらに、その試料小片を23±2℃、55％RH下で24時間調湿し、曲率スケールを用いて、該試料と合致するカーブを有する曲率半径

（1/m）を確認し、その曲率半径を該試料のカール値とした。

（ロール汚れ）15000mの試料を作製した後、ステンレスバンド支持体から剥離したフィルムが接する一本目のロールの汚れ具合を目視で観察し、以下のランクに分けて評価した。

【0060】

◎ ロールが汚れているのが全くわからない

○ ロールのごく一部がかすかに汚れている

△ ロールが全面的にかすかに汚れている

× ロールが全面的に汚れている

◎～△は生産が続けられるレベル。×は生産を中断してロールを清掃するレベル。

（透湿性）JIS Z0208に記載の方法に従い、各試料の透湿性を測定した。透湿性は140～160未満g/m²・24hrあるいは更に低い方が好ましい。

【0061】

◎ 透湿性140～160未満g/m²・24hr

○ 透湿性160～180未満g/m²・24hr

△ 透湿性180～200未満g/m²・24hr。 *

試料 No.	カール値 (1/m)	ロール 汚れ	透湿性	ヘイズ	UV吸収性能	剥離性
本発明試料-1	4	○	◎	0.1	◎	A
本発明試料-2	0	○	◎	0.1	◎	A
本発明試料-3	6	△	○	0.1	○	A
本発明試料-4	5	○	◎	0.1	◎	A
本発明試料-5	5	○	○	0.0	○	A
本発明試料-6	1	◎	○	0.1	○	A
本発明試料-7	3	○	○	0.0	◎	A
本発明試料-8	8	○	○	0.0	◎	A
本発明試料-9	9	○	○	0.0	◎	A
本発明試料-10	2	◎	◎	0.1	◎	A
比較試料-1	30	×	△	0.2	○	A
比較試料-2	35	×	△	0.2	○	A
比較試料-3	40	△	△	0.4	○	A
比較試料-4	30	△	△	0.4	○	A

【0066】この結果から、本発明の製造方法で作られた光学フィルムは高速製膜してもカールが少なく、剥離ロールの汚れも少ないため、生産性が向上しロール汚れに起因した押され故障も少なくなるため面品質も向上する。また、高い透湿性と紫外線吸収能を確保することができた。

【0067】

*（ヘイズ）試料4枚を重ね合わせて、ASTM-D1003-52に従って測定した。

（UV吸収性能）Spectrophotometer

U-3200（株）日立製作所製で試料の分光吸収スペクトルを測定し、380nmにおける透過率を求めた。

【0062】

◎ 透過率4％未満

○ 透過率4～6％未満

△ 透過率6％以上。

（剥離性）片刃のカミソリの刃を試料表面に対して90°で、切り込みを幅30mm、深さは透明な試料表面に僅かに達する程度に入れ、市販の25mm幅のセロファンテープを切れ込み部分をまたいでテープの一端を残して貼る。曲面の有るプラスチックあるいは金属でその上を擦ってよく接着させ、貼られていないテープの一端を手で持ってなるべく垂直に力強く引張って剥がし、貼られたテープ面積に対する層が剥がされた面積の割合を下記の如く評価した。

20 【0063】

A 全く剥離されなかった

B 剥離された面積割合が10％未満であった

C 剥離された面積割合が10～30％未満であった

D 剥離された面積割合が30％以上であった。

【0064】剥離性については全ての試料とも評価結果がAであり、良好な密着性を有することが確認された。

【0065】

【表3】

【発明の効果】本発明の光学フィルムは、全体としては適度な量の可塑剤を含有しながら、表層の可塑剤濃度に差を持たせている。これにより、可塑剤濃度が高い場合の耐湿熱性の低下の問題、及び可塑剤濃度が低い場合の柔軟性低下による加工適性の低下の問題、カールの問題を共に解決したものである。従って、本発明のフィルムを用いて偏光板を製造する場合には、保護膜用フィルム

が柔軟性を有することから、スリット加工時に切り屑の発生が少なく、屑が保護膜に付着することに伴う偏光板の透明性の低下がなく、またフィルムをスリットした際の切り口が滑らかであるため、搬送中に引き裂かれて切断されることもなく、また同様に偏光板の打ち抜き工程においても切り屑の発生が少なく、屑が偏光板に付着することに伴う種々の問題の発生もない。また製膜時に可塑剤などの付着によるロール汚れも少ない。従って、製造が容易で、歩留が高く、高い生産性を示すとの優位性

を有する。更に、本発明のフィルムは柔軟性を有するだけでなく、高温高湿下で、割れ、着色等の発生がなく（即ち優れた透湿性を有し）、紫外線吸収能を有し、従って得られるこのフィルムを使用した偏光板についても高温高湿下で、偏光板の割れ、保護膜の剥離、着色等の発生がほとんどなく耐湿熱性に優れたものである。このため、本発明の偏光板が組み込まれた液晶ディスプレイも、高温高湿下で長期間使用しても劣化することがないものである。

フロントページの続き

(72)発明者 渋谷 俊明
東京都日野市さくら町 1 番地コニカ株式会社
社内

F ターム(参考) 2H049 BA06 BB13 BB14 BB33 BB49
BC09 BC22
4F071 AA09 AC07 AC10 AC12 AC15
AE04 AE05 AH19 BA02 BB02
BC01

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.